

HPLC 法测定不同产地和品种桃仁中苦杏仁苷

颜永刚^{1,2}, 裴 瑾², 万德光^{2*}

(1. 陕西中医学院 药学院, 陕西 咸阳 712046; 2. 成都中医药大学药学院, 四川 成都 610075)

桃仁为蔷薇科(Rosaceae)植物桃 *Prunus persica* (L.) Batsch 或山桃 *P. davidiana* (Carr.) Franch. 的干燥成熟种子。味苦、甘, 性平, 具有活血化瘀、润肠通便的功效。用于经闭, 痛经, 癥瘕痞块, 跌打损伤, 肠燥便秘^[1,2]。在血府逐瘀汤(《医林改错》)、生化汤(《傅青主女科》)、桂枝茯苓丸(《金匱要略》)、桃核承气汤(《伤寒论》)等医家名方中均重用桃仁。现代研究亦表明桃仁对心脑血管疾病疗效显著, 近年来受到广泛关注。尽管桃仁药用历史悠久(始载于《神农本草经》), 临床应用广泛, 但一直以来, 对其有效成分缺乏系统研究, 其质量缺乏有效的控制标准, 桃仁含苦杏仁苷(amygdalin)及苦杏仁酶(emulsin)等物质。为此本实验以苦杏仁苷为指标成分, 采用HPLC法测定了采自四川、陕西、甘肃、山西以及购自安徽亳州、河北安国、成都荷花池等全国各大药市的不同产地和不同品种的35份桃仁样品中苦杏仁苷的量, 为评价桃仁质量及临床合理用药提供科学的依据。

1 材料

1.1 样品来源: 实验所用桃仁样品, 经万德光教授鉴定, 为蔷薇科植物桃 *P. persica* (L.) Batsch 或山桃 *P. davidiana* (Carr.) Franch. 的干燥成熟种子。

1.2 仪器和试剂: 美国 Agilent 1100 高效液相色谱仪及其配套工作站, DAD 检测器检测, 乙腈为色谱纯(美国 Fisher 公司), 水为超纯水(Milipore 制备), 0.45 μm 针式微孔滤膜。其他试剂均为分析纯。苦杏仁苷对照品, 中国药品生物制品检定所, 批号 110820-200403, 供定量测定用。

2 方法和结果

2.1 色谱条件: 色谱柱 Hypersil ODS2 (150 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μm); 检测波长 210 nm; 柱温度 25 $^{\circ}\text{C}$; 流动相为乙腈-水(11:89); 体积流量 1 mL/min, 理论板数按苦杏仁苷峰计算应不低于 2 000。色谱图见图1。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取苦杏仁苷对照品适量, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇溶解, 并定容至刻度, 配制成含苦杏仁苷 0.5 mg/mL 的对照品溶液。

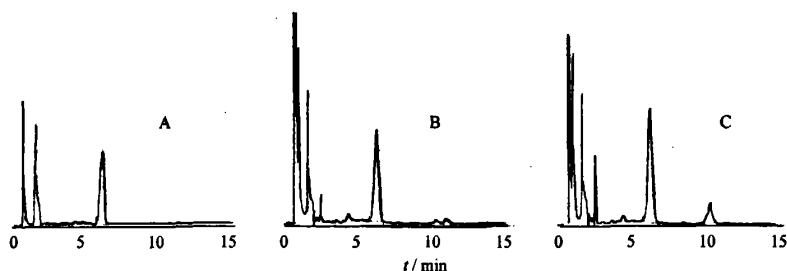


图1 苦杏仁苷对照品(A)与桃仁(B)、山桃仁(C)样品 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of amygdalin reference substance (A), samples of *P. persica* (B), and *P. davidiana* (C)

2.3 供试品溶液的制备: 取干燥的桃仁药材粉末约 0.2 g, 精密称定, 置 50 mL 带塞锥形瓶中, 加甲醇约 20 mL, 超声提取 30 min, 放至室温后, 滤过, 用甲醇于 25 mL 量瓶中定容, 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 取续滤液, 即得。

2.4 标准曲线的绘制: 精密吸取 1、2、4、6、8、10、20 μL 的对照品溶液进样, 以对照品溶液进样量的体积为横坐标(X), 色谱峰面积为纵坐标(Y)进行线性回归, 结果苦杏仁苷在 0.5~25.0 μg 线性关系良好, 回归方程为: $Y = 739.69X + 2.77$ ($R^2 = 0.9999$)。

收稿日期: 2008-02-29

基金项目: 四川省中医药管理局科研项目(2006)

作者简介: 颜永刚(1978—), 男, 陕西咸阳人, 2005 级在读中药学博士学位, 主要从事中药品种品质与资源开发研究。

E-mail: yunfeng828@163.com Tel: 13892062171

* 通讯作者 万德光 Tel: (028)87780831 E-mail: wdg@cducm.edu.cn

2.5 精密度试验:精密吸取对照品溶液10 μ L,连续进样5次,测定苦杏仁苷峰面积,结果其RSD为0.40%,表明仪器的精密度良好。

2.6 重现性试验:取同一样品,按“2.3”项下方法平行制备供试品溶液5份,测定,计算苦杏仁苷质量分数,RSD为0.6%,表明该条件重现性良好。

2.7 稳定性试验:将供试品溶液在室温放置0、2、4、6、8、12 h后分别进样10 μ L进行测定,结果苦杏仁苷峰面积RSD为0.7%,表明在本实验条件下供试品溶液在室温下放置12 h内基本稳定。

2.8 回收率试验:取四川(成都)山桃仁粉末9份,各0.100 0 g,精密称定。分别按其质量分数的80%、100%、120%精密加入苦杏仁苷对照品适量,按照“2.3”项方法制备供试品溶液,测定,计算加样回收率,结果平均回收率为99.8%,RSD=2.93%,表明本法回收率较好。

2.9 样品的测定:取35个产地和品种不同的桃仁药材按“2.3”项制成供试品溶液,测定,以外标法计算苦杏仁苷的质量分数,结果见表1。

3 讨论

3.1 桃仁样品通过回流、渗漉、超声3种不同提取方法的考察,表明超声提取方法效果最好。同时又考察了溶剂(甲醇、乙醇),溶剂体积(10、20、40 mL),提取时间(20、30、40 min)等相关因素,最终确定以甲醇20 mL超声提取30 min制备样品溶液。并经过色谱条件筛选,确定色谱柱Hypersil ODS2(150 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m),检测波长210 nm,柱温25 $^{\circ}$ C,流动相为乙腈-水(11:89),体积流量1 mL/min。有关苦杏仁苷定量测定的文献报道有高效液相色谱法、薄层扫描法和分光光度法等^[3~5]。本实验系统与已报道的HPLC系统相比,具有色谱分离度高、干扰少、易重复等优点,可直接测定苦杏仁苷的量,较测定其水解产物(HCN)更科学准确,更有利于药材的质量控制。

3.2 本实验研究结果表明,山桃仁较桃仁的苦杏仁苷含量高,20份山桃仁样品质量分数为0.67%~2.81%,平均质量分数1.39%;15份桃仁样品质量分数为0.63%~1.63%,平均质量分数0.95%。产地不同桃仁药材中苦杏仁苷量差异较大,如山桃仁采自新疆乌鲁木齐的量最高(2.29%),而四川北川的量最低(0.67%);桃仁采自陕西延安的量最高(1.38%),山西汾阳的量最低(0.67%),但采于陕西同一省区的3份样品量则差异较小。

表1 不同产地和品种桃仁中苦杏仁苷的测定结果($n=3$)

Table 1 Determination of amygdalin of *Semen Persicae* from different habitats and species ($n=3$)

编号	品种	来源	产地	苦杏仁苷/%
1	山桃	西安万寿路(市售)	陕西铜川	1.25
2		西安万寿路(市售)	陕西延安	1.90
3		西安万寿路(市售)	陕西旬邑	1.36
4		西安万寿路(市售)	陕西南天	1.30
5		当地自采	陕西南泥湾	1.28
6		当地自采	甘肃郑宁	0.96
7		兰州黄河(市售)	甘肃兰州	0.96
8		四川荷花池(市售)	四川成都	2.81
9		当地自采	四川北川	0.67
10		当地自采	四川北川	0.76
11		新疆乌鲁木齐(市售)	新疆	1.92
12		当地自采	新疆乌鲁木齐	2.29
13		河北安国(市售)	山西	0.88
14		河北安国(市售)	山西	0.82
15		安徽亳州(市售)	山西荆州	1.29
16		安徽亳州(市售)	山东	0.98
17		河北安国(市售)	河北	1.30
18		安徽亳州(市售)	河北	1.28
19		安徽亳州(市售)	安徽	1.79
20		安徽亳州(市售)	江西	1.97
21	桃	当地自采	陕西延安	1.38
22		当地自采	陕西旬邑	0.86
23		当地自采	陕西咸阳	1.11
24		甘肃兰州(市售)	甘肃兰州	0.91
25		重庆储奇门(市售)	新疆	1.37
26		安徽亳州(市售)	新疆昌吉市	0.65
27		乌鲁木齐(市售)	新疆乌鲁木齐	0.65
28		当地自采	山西汾阳	0.67
29		河北安国(市售)	山东	0.68
30		河北安国(市售)	河北	0.63
31		河北安国(市售)	北京	0.81
32		安徽亳州(市售)	贵州	0.84
33		安徽亳州(市售)	江西	0.65
34		四川荷花池(市售)	西藏	1.63
35		广西玉林(市售)	广西	1.42

3.3 本实验测定了采自四川、陕西、甘肃、山西以及购自安徽亳州、河北安国、成都荷花池、西安万寿路、重庆储奇门等全国各大药市的不同产地和不同品种的35个桃仁样品中苦杏仁苷的量,样品不仅包含了桃仁的主产区域,还几乎包含了我国各大中药材市场流通的主要桃仁商品药材,这对进一步客观评价桃仁药材质量提供科学依据。

参考文献:

- [1] 中国药典[S]. 一部. 2005.
- [2] 徐国钧, 徐璐珊. 常用中药材品种整理和质量研究[M]. 福州:福建科学出版社, 1997.
- [3] 李琴韵. HPLC法测定乳宁冲剂中苦杏仁苷的含量[J]. 中成药, 1998, 20(9): 12-14.
- [4] 马辰, 李春花. 苦杏仁中苦杏仁苷的含量测定[J]. 中国实验方剂学, 2000, 6(2): 16-17.
- [5] 胡润淮. 薄层扫描法测定麻黄汤冲剂中苦杏仁甙含量的研究[J]. 河南中医药学刊, 1995, 10(5): 14-15.

HPLC法测定不同产地和品种桃仁中苦杏仁苷

作者：[颜永刚](#)，[裴瑾](#)，[万德光](#)
作者单位：[颜永刚\(陕西中医学院药理学系, 陕西, 咸阳, 712046; 成都中医药大学药学院, 四川, 成都, 610075\)](#)，[裴瑾](#)，[万德光\(成都中医药大学药学院, 四川, 成都, 610075\)](#)
刊名：[中草药](#) **ISTIC** **PKU**
英文刊名：[CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年，卷(期)：2008, 39 (9)
被引用次数：9次

参考文献(5条)

1. [中华人民共和国药典\(一部\)](#) 2005
2. [徐国钧;徐珞珊](#) 常用中药材品种整理和质量研究 1997
3. [李琴韵](#) HPLC法测定乳宁冲剂中苦杏仁苷的含量 1998 (09)
4. [马辰;李春花](#) 苦杏仁中苦杏仁苷的含量测定[期刊论文]-[中国实验方剂学杂志](#) 2000 (02)
5. [胡润淮](#) 薄层扫描法测定麻黄汤冲剂中苦杏仁甙含量的研究 1995 (05)

本文读者也读过(10条)

1. [叶品良](#). [王洪](#) 浅谈桃仁临床运用的历史沿革[期刊论文]-[甘肃中医](#)2006, 19 (10)
2. [王洪](#). [赵永康](#). [Wang Hong](#). [Zhao Yongkang](#) 桃仁常见活血化瘀配伍结构的机理探讨[期刊论文]-[河南中医](#) 2008, 28 (9)
3. [成文尧](#). [朱淑红](#) 桃仁治疗口疮[期刊论文]-[中医杂志](#)2003, 44 (3)
4. [张瑞环](#). [姜虹玉](#). [张晓然](#) 桃仁药用规格刍议[期刊论文]-[中国自然医学杂志](#)2006, 8 (4)
5. [赵耀](#) 桃仁中苦杏仁甙的HPLC含量测定[期刊论文]-[中国医药指南](#)2009, 7 (17)
6. [公茂任](#) 桃仁抗过敏有效[期刊论文]-[中医杂志](#)2003, 44 (3)
7. [刘英](#). [李雅杰](#). [蒲艳春](#). [马桂云](#) 桃仁蛋白在小鼠的组织分布研究[期刊论文]-[中医学学报](#)2008, 36 (1)
8. [陈仁礼](#) 桃仁泥敷脐治疗产后尿潴留[期刊论文]-[中医杂志](#)2003, 44 (3)
9. [王岭](#) 桃仁在经方中的配伍应用[期刊论文]-[长春中医药大学学报](#)2008, 24 (6)
10. [高娅芝](#). [王桂兰](#) 桃仁与杏仁鉴别述要[期刊论文]-[山西中医](#)2007, 23 (5)

引证文献(9条)

1. [贾光林](#). [王珍](#). [李家春](#). [王振中](#). [谢彩香](#). [孙超](#). [萧伟](#) 山桃仁产地适宜性分析[期刊论文]-[湖北农业科学](#) 2011 (18)
2. [王庆](#). [齐喜红](#). [王荣](#). [韩常锦](#) 通宣理肺三种剂型中苦杏仁的质量分析与评价[期刊论文]-[宁夏医学杂志](#) 2011 (11)
3. [钱平](#). [刘志辉](#). [钱芳](#). [陆超](#). [马婉婷](#). [李逸飞](#) 桃仁定性鉴别与含量测定研究[期刊论文]-[中国药事](#) 2010 (4)
4. [云琦](#). [马小华](#). [高晓黎](#). [周建平](#) 新疆桃仁中苦杏仁苷含量测定新方法研究[期刊论文]-[中国药品标准](#) 2013 (6)
5. [颜永刚](#). [雷国莲](#). [刘静](#). [刘贵洲](#) 中药桃仁的研究概况[期刊论文]-[时珍国医国药](#) 2011 (9)
6. [李洪刚](#). [李洪斌](#). [熊胜元](#). [苏丹](#) 反相高效液相色谱法测定小儿百部止咳糖浆中的苦杏仁苷[期刊论文]-[现代药物与临床](#) 2010 (2)
7. [裴瑾](#). [颜永刚](#). [万德光](#). [莫书蓉](#) 桃仁脂肪酸GC-MS指纹图谱研究[期刊论文]-[中国中药杂志](#) 2009 (18)
8. [颜永刚](#). [裴瑾](#). [杨新杰](#). [邓翀](#). [张琳](#). [刘静](#). [刘贵洲](#) 中药桃仁的品种、品质与药效相关性分析研究[期刊论文]-[成都医学院学报](#) 2011 (4)
9. [王仁芳](#). [范令刚](#). [高文远](#). [张俊英](#) 桃仁化学成分与药理活性研究进展[期刊论文]-[现代药物与临床](#) 2010 (6)

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200809045.aspx